

Cara uji kadar arsen dalam air dan air buangan



© BSN 1992

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin, menggandakan dan mengumumkan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

CARA UJI KADAR ARSEN DALAM AIR DAN AIR BUANGAN

1 RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi cara pengambilan contoh dan cara uji kadar arsen dalam air dan air buangan.

2. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh secara umum sesuai dengan SII. 1928-85, *Cara Pengambilan Contoh Air*.

Setelah contoh diambil, tambahkan asam nitrit pekat sampai pH=2, biasanya 2 ml asam nitrat pekat untuk setiap 1 liter contoh.

Jika diperiksa hanya arsen yang larut, maka saring contoh dengan saringan membran 0,45 mikron.

3. CARA UJI

Pada standar ini digunakan cara kolorimetri dengan perak-dietil-ditiokarbamat.

Batas kadar optimum yang dapat diukur dengan cara ini 0,005-0,250 mg/l.

Cara uji kadar arsen dapat juga dilakukan dengan cara yang lain.

3.1. Prinsip

Senyawa arsen organik dioksidasi oleh asam sulfat-asam nitrat dengan pemanasan menjadi As^{5+} , kemudian direduksi oleh kalium iodida dan stano klorida menjadi As^{3+} dan akhirnya membentuk gas arsin (AsH_3) dengan adanya seng asam klorida. Arsin bereaksi dengan perak-dietil-ditiokarbamat membentuk kompleks yang berwarna merah. Warna yang terbentuk diukur serapannya secara spektrofotometri pada panjang gelombang 530-540 nm.

3.2. Gangguan

- Meskipun logam-logam kobal, nikel, raksa, perak, platina, tembaga, krom dan molibdin, mengganggu dalam pembentukan arsin, tetapi kadar logam-logam ini biasanya sangat kecil sekali, sehingga tidak berarti dalam gangguan analisa.
- Antimon akan membentuk stibin dan akan mengganggu dalam pembentukan warna.
- Hidrogen sulfida atau senyawa-senyawa sulfida lainnya.
- Asam nitrat.

3.3. Peralatan

- Alat Gutzeit (arsine generator) dan tabung penyerap
- Spektrofotometer atau fotometer
- Alat-alat gelas

Sebelum dipakai, alat-alat gelas dibersihkan dulu dengan NHO_3 (1+1) panas kemudian dicuci dengan air sampai bersih.

3.4. Pereaksi

Semua pereaksi dan air suling yang dipakai harus bebas arsen.

- 3.4.1. Larutan sediaan standar arsen (1 ml = 1 mgAs).
— Larutkan 1,320 g arsen trioksid (As_2O_3) dengan 10 ml air yang mengandung 4 g NaOH, encerkan dengan air sampai 1 liter dalam labu ukur.
- 3.4.2. Larutan siapan arsen (1 ml = 0,010 mgA)
Encerkan 5,0 ml larutan sediaan standar arsen (3.4.1.) dengan air sampai 500 ml dalam labu ukur.
- 3.4.3. Larutan siapan standar arsen (1 ml = 0,001 mgAs)
Encerkan 10,00 ml larutan siapan standar arsen (3.4.2) dengan air sampai 100 ml dalam labu ukur.
- 3.4.4. Asam klorida pekat (Bj: 1,19), asam nitrat pekat (Bj: 1,42) dan asam sulfat pekat (Bj: 1,84).
Asam-asam pekat yang dipakai tidak mengandung arsen lebih dari 1×10^{-6}
- 3.4.5. Asam nitrat (1+1).
Tambahkan 250 ml asam nitrat pekat kedalam 250 ml air.
- 3.4.6. Asam sulfat (1+1).
Tambahkan 250 ml asam sulfat pekat kedalam 250 ml air.
- 3.4.7. Larutan timbal asetat.
Larutkan 10 g timbal asetat $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ dengan 100 ml air, simpan dalam botol bertutup asah.
- 3.4.8. Larutan kalium iodida
Larutkan 15 g kalium iodida (KI) dengan 100 ml air.
- 3.4.9. Larutan perak-dietil ditiokarbamat.
Larutkan 1 g perak-dietilditiokarbamat AgNH_2CS_2 (C_2H_5) dengan 200 ml piridin, simpan dalam botol yang berwarna coklat. Larutan ini tahan sampai beberapa bulan.
- 3.4.10. Larutan natrium hidroksida
Larutkan 42 g natrium hidroksida dengan 100 ml air.
- 3.4.11. Larutan stano klorida.
Larutkan 40 g stano klorida ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dengan 100 ml asam klorida pekat, tambah sedikit logam Sn.
- 3.4.12. Logam seng 20-30 mesh, bebas arsen atau maksimum $1 \times 10^{-6}\%$ As.
- 3.5. Cara kerja
- 3.5.1. Pembuatan kurva kalibrasi standar arsen
— Pipet 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; dan 10,0 ml larutan siapan standar arsen (3.4.3.) ke dalam beberapa buah alat gutzeit, encerkan dengan air sampai 50 ml.

- Pada alat gutzeit lainnya masukkan 50 ml air sebagai blangko.
- Lanjutkan pekerjaan ke butir 3.5.3.

3.5.2. Persiapan contoh

- Kocok contoh air sampai bercampur rata, pipet 50,0 ml contoh yang mengandung tidak lebih dari 0,025 mg As ke dalam gelas kimia 250 ml.
- Tambah 7 ml asam sulfat 1 + 1 dan 5 ml asam nitrat pekat, panaskan dan uapkan sampai keluar asap putih.
- Dinginkan, tambah 25 ml air dan uapkan kembali sampai keluar asap putih, uapkan sampai beberapa menit, dinginkan dan tambah air sampai 50 ml.
- Pindahkan secara kuantitatif ke dalam alat gutzeit.
- Lanjutkan pekerjaan ke butir 3.5.3.

3.5.3. Penetapan contoh

- Masukkan gelas wool ke dalam pipet pada alat gutzeit, basahkan dengan larutan timbal asetat, kemudian keringkan.
- Pipet 4 ml larutan perak-dietil ditiokarbamat, masukkan ke dalam tabung penyerap.
- Tambah berturut-turut 8 ml asam klorida pekat, 4 ml larutan kalium iodida dan 1 ml larutan stano klorida.
- Kocok hati-hati dengan menggoyang-goyangkan alat gutzeit dan diamkan selama 15 menit.
- Tambah 6 g logam seng pada contoh (dalam alat gutzeit), segera tutup dengan menghubungkan pada pipet yang mengandung gelas wool-timbal asetat dan hubungkan ketabung penyerap (lihat gambar), diamkan sampai 30 menit.
- Pindahkan larutan dalam tabung penyerap ke kuvet pada alat spektrofotometer dan ukur serapan warna.

3.5.4. Pengukuran

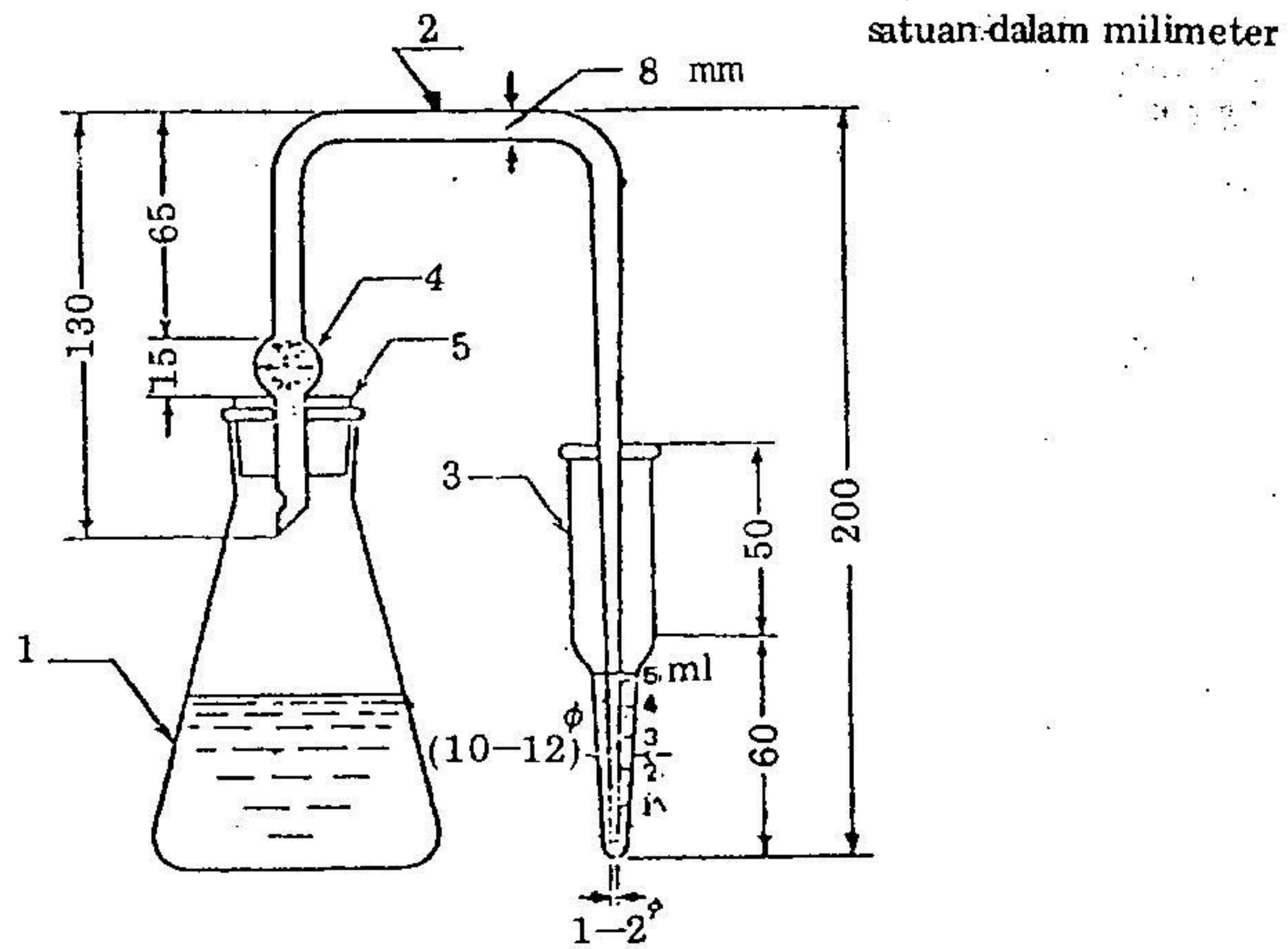
- Gunakan spektrofotometer yang bekerja pada panjang gelombang 540 nm yang dilengkapi kuvet dengan ketebalan tembus cahaya 1 cm atau lebih.
- Atur spektrofotometer pada serapan nol atau pada 100% transmittan terhadap blangko sebagai pembanding.
- Tetapkan harga serapan contoh dan masing-masing standar pada panjang gelombang 540 nm.

3.6. Perhitungan:

$\text{As mg/l} = A \times 1000 \cdot \text{ml contoh}$
dimana A = mgAs dari kurva kalibrasi standar.

3.7. Ketelitian

Ketelitian yang dapat dicapai dengan cara ini mendekati 0,001 mg/l dari 0,05 mg/l As.



Alat Gutzeit (Arsin Generator)

Keterangan:

1. Botol arsin generator 80 ml
2. Pipa penghubung
3. Tabung penyerap
4. "Glas Wool" timbal asetat
5. Penutup karet





BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3,4,7,10
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id